

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/006549

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-093936  
Filing date: 29 March 2004 (29.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 2 9 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 9 3 9 3 6

パリ条約による外国への出願  
に用いる優先権の主張の基礎  
となる出願の国コードと出願  
番号  
J P 2 0 0 4 - 0 9 3 9 3 6  
The country code and number  
of your priority application,  
to be used for filing abroad  
under the Paris Convention, is

出 願 人  
Applicant(s): 京セラ株式会社

2 0 0 5 年 4 月 1 3 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】	特許願
【整理番号】	0000347261
【提出日】	平成16年 3月 29日
【あて先】	特許庁長官殿
【国際特許分類】	C30B 29/06
【発明者】	
【住所又は居所】	滋賀県八日市市蛇溝町長谷野 1 1 6 6 番地の 6    京セラ株式会社
【氏名】	滋賀八日市工場内
【氏名】	坂井    洋平
【特許出願人】	
【識別番号】	000006633
【住所又は居所】	京都府京都市伏見区竹田烏羽殿町 6 番地
【氏名又は名称】	京セラ株式会社
【代表者】	西口    泰夫
【手数料の表示】	
【予納台帳番号】	005337
【納付金額】	21,000円
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲    1
【物件名】	明細書    1
【物件名】	図面    1
【物件名】	要約書    1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

内部に保持したシリコン融液を下方から上方へと一方向凝固させるための鋳型と、  
前記鋳型の上方に配設された加熱機構と、  
前記鋳型を載置する載置面を有する台座と、  
前記鋳型と前記加熱機構と前記台座との周囲を取り囲むように配設された断熱部材と、  
前記台座との間で熱交換が可能な熱交換面を有するとともに、前記台座との相対的な位置を可変とした冷却機構と、を具備し、  
前記熱交換面の面積の大きさを、前記冷却機構の位置と連動して変化させるようにしたシリコン鋳造装置。

【請求項 2】

前記冷却機構は、その熱交換面が前記台座と接触するように配設された請求項 1 に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 3】

前記冷却機構は、その熱交換面が前記台座と所定間隔で離間するように配設された請求項 1 に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 4】

前記所定間隔を 10 mm 以下とした請求項 3 に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 5】

前記台座は、熱伝導率が  $40 \text{ W/m} \cdot \text{K}$  以上の材質からなる請求項 1 から請求項 4 のいずれか一項に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 6】

前記台座は、その鉛直方向の厚みが、前記載置面の差し渡し長さに対し  $1/6$  以上である請求項 5 に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 7】

前記鋳型の温度を計測可能な温度検出手段と、  
前記温度検出手段によって測定された温度に基づいて、前記加熱機構による加熱状態と前記冷却機構の前記熱交換面の面積とを調整して前記シリコン融液の凝固速度を制御する制御手段と、をさらに備えた請求項 1 から請求項 6 のいずれか一項に記載のシリコン鋳造装置。

【請求項 8】

前記鋳型の上方から、この鋳型内部に保持したシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段をさらに備えた請求項 1 から請求項 7 のいずれか一項に記載のシリコン鋳造装置。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン 鑄造装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、太陽電池用シリコン基板などに用いられる多結晶シリコンインゴットを製造するためのシリコン鑄造装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

多結晶シリコン太陽電池は近年需要が増加しており、より低コストで高い変換効率を持つ高品質の製品が求められている。このためこれらに用いられる多結晶シリコンインゴットにも更なる低コスト化、高品質化が要求されている。多結晶シリコンインゴットの品質は、太陽電池内のキャリア寿命や移動度を短縮させ、太陽電池のエネルギー変換効率を低下させる要因となる、結晶粒界の数（面積）や粒界の性質、あるいは結晶粒内の配向性や欠陥密度に大きく左右される。そのため、多結晶シリコンを用いた太陽電池のエネルギー変換効率を向上させるためには、前記の項目についての幅広い研究と製造技術の確立が必要である。

【0003】

多結晶シリコンインゴットは、シリコンを加熱溶解したシリコン融液を鑄型内に注いで鑄型底面部を冷却するとともに上部を保温あるいは加熱することによって底面部から上部に向かって正の温度勾配を付与し、鑄型底面部より一方向凝固させて形成したり、シリコン原料を鑄型内に入れて一旦溶解した後、上述の方法などによって鑄型底面部より一方向凝固させて形成したりする手法が一般的である。こうして得られたインゴットは、欠陥や不純物の多いインゴット側面部や底面部、および凝固偏析現象によって不純物が濃化しているインゴット頭部の組織を通常厚み数mm以上切断除去し、さらにマルチワイヤーソーなどで薄くスライスして太陽電池用多結晶シリコン基板に加工される。

【0004】

上述の鑄型底面部の冷却には、例えば、特許文献1には、水冷冷却板を鑄型底部に接触させ、鑄型を底部から冷却する装置が提案されている。かかる製造装置の縦断面図を図7に示す。図7（a）は鑄型24の底面に水冷チルプレート（水冷冷却板）26を接触させる前の段階、図7（b）は接触後、鑄型24とともに水冷チルプレート26を降下させている段階を示す。

【0005】

図7（a）に示すように、底部が開放した炉21の下方に昇降可能に水冷チルプレート26を配し、炉21内に支持された有底の鑄型24に対して水冷チルプレート26を降下させた状態で鑄型24内を溶解シリコン22で満たし、炉21内を加熱体23によってシリコン溶解温度以上に保持する。その後、図7（b）に示すように、水冷チルプレート26に冷却水25を流して冷却しながら、上昇させて鑄型24の底面に接触させ、その状態で鑄型24を降下させて鑄型24内部の溶解シリコン22を上方に向けて一方向凝固させる。

【特許文献1】 特開昭63-166711号公報

【特許文献2】 特開2002-293526号公報

【特許文献3】 特開2001-10810号公報

【非特許文献1】 15th Photovoltaic Specialists Conf. (1981), P576~P580, "A NEW DIRECTIONAL SOLIDIFICATION TECHNIQUE FOR POLYCRYSTALLINE SOLAR GRADE SILICON"

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

前述の冷却板を鑄型底部に接触させ、鑄型を底部から冷却する一方向凝固法では、シリコンの凝固初期においては固液界面が冷却板に近いために大きな速度で凝固するが、凝固

が進行して固液界面が上方に進むにつれて固層厚みに起因する熱抵抗が増加し、鋳型底部からの抜熱能力が低下して凝固速度が小さくなる。これに関して特許文献1には、炉の加熱温度と、鋳型を冷却板とともに加熱領域外へと降下させる速度との組合せによって、凝固速度の制御を行う点が記載されているが、実際は、このような鋳型底部に位置する冷却板の冷却能力が一定な装置の場合、凝固初期から完全凝固までにインゴット内に発生する温度勾配を一定にすることが難しく、良好な再現性を得ることができないという問題があった。

#### 【0007】

また、特許文献2に提案されている装置は、図8に示した縦断面図のように、断熱材40によって区画された、加熱機構であるヒータ34を有する上部室31と冷却水42によって冷却された冷却板41を有する下部室32を断熱材による障壁33で仕切り、その一部を開口した連通口35内に鋳型38の置台36を例えば昇降機37により昇降可能に設けられている。ここで、上部室31において鋳型38の内部でシリコンを溶解させ、その後、鋳型38を下部室32へ降下させることで、置台36から冷却板41へと抜熱して鋳型38の底部から冷却し、鋳型38の内部のシリコン融液39を一方向凝固させる。

#### 【0008】

この特許文献2に開示された一方向凝固法では、多結晶シリコンインゴットの品質を左右するシリコン融液39の冷却固化時に、鋳型38の底部を冷却するため鋳型38を降下する必要があった。シリコン融液39の冷却固化時には、鋳型38内のシリコンへの外部からの熱の出入りの制御が重要である。それによって炉内の温度分布や温度勾配を制御し、インゴットの凝固速度を制御し、基板品質を制御する。しかし、その際、鋳型38を降下させると、鋳型38とヒータ34との距離、あるいはヒータ34のある上部室31内に対する鋳型38の挿入量の変動するため、鋳型38への熱の出入り、特に不活性ガスの減圧雰囲気下での炉内では、ヒータ34からの熱の大半は放射で伝わるため、ヒータ34と鋳型38との距離が変動すると入熱量が変動し、良好な再現性を得ることができないという問題があった。

#### 【0009】

また近年、シリコン中の不純物元素の低減化のため、例えば、特許文献3に開示されているように、Arなどの不活性ガスをシリコン融液表面に吹き付ける不活性ガスを吐出するノズルを炉内に設け、これによって熱対流による攪拌を誘発し、固液界面の金属不純物の濃化を抑制しながら、分配係数が小さい金属不純物をインゴット上部に精製していく（一方向凝固精製）方法が行われている。しかしながら、上述のように、鋳型が降下すると鋳型と不活性ガスを吐出するノズルとの距離が変化したり、不活性ガスの滞留状態が変動したりして、こうした効果を十分得ることができない。

#### 【0010】

本発明は上述のような従来の問題点に鑑みてなされたものであり、より高品質なシリコンインゴットを良好な再現性で製造するためのシリコン鋳造装置を提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0011】

上述の問題を解決するため、本発明の請求項1にかかるシリコン鋳造装置は、内部に保持したシリコン融液を下方から上方へと一方向凝固させるための鋳型と、前記鋳型の上方に配設された加熱機構と、前記鋳型を載置する載置面を有する台座と、前記鋳型と前記加熱機構と前記台座との周囲を取り囲むように配設された断熱部材と、前記台座との間で熱交換が可能な熱交換面を有するとともに、前記台座との相対的な位置を可変とした冷却機構と、を具備し、前記熱交換面の面積の大きさを、前記冷却機構の位置と連動して変化させるようにしている。なお、本明細書において、熱交換面は、冷却機構の側に存在するものとし、台座との間で熱交換が可能となった状態を指すものとする。

#### 【0012】

本発明の請求項2にかかるシリコン鋳造装置は、請求項1に記載のシリコン鋳造装置に

において、前記冷却機構は、その熱交換面が前記台座と接触するように配設されている。

【0013】

本発明の請求項3にかかるシリコン鑄造装置は、請求項1に記載のシリコン鑄造装置において、前記冷却機構は、その熱交換面が前記台座と所定間隔で離間するように配設されている。

【0014】

本発明の請求項4にかかるシリコン鑄造装置は、請求項3に記載のシリコン鑄造装置において、前記所定間隔を10mm以下としている。

【0015】

本発明の請求項5にかかるシリコン鑄造装置は、請求項1から請求項4のいずれか一項に記載のシリコン鑄造装置において、前記台座は、熱伝導率が $40\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上の材質からなる。

【0016】

本発明の請求項6にかかるシリコン鑄造装置は、請求項5に記載のシリコン鑄造装置において、前記台座は、その鉛直方向の厚みが、前記載置面の差し渡し長さに対し $1/6$ 以上である。なお、本明細書において、ある面の差し渡し長さとは、この面の外郭形状の重心点を通り、この面に含まれる直線であって、この面の外郭形状によって切り取られてできる線分のうち最小の長さのものを指すものとする。

【0017】

本発明の請求項7にかかるシリコン鑄造装置は、請求項1から請求項6のいずれか一項に記載のシリコン鑄造装置において、前記鑄型の温度を計測可能な温度検出手段と、前記温度検出手段によって測定された温度に基づいて、前記加熱機構による加熱状態と前記冷却機構の前記熱交換面の面積とを調整して前記シリコン融液の凝固速度を制御する制御手段と、をさらに備えている。

【0018】

本発明の請求項8にかかるシリコン鑄造装置は、請求項1から請求項7のいずれか一項に記載のシリコン鑄造装置において、前記鑄型の上方から、この鑄型内部に保持したシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段をさらに備えている。

【発明の効果】

【0019】

本発明にかかるシリコン鑄造装置は、内部に保持したシリコン融液を下方から上方へと一方向凝固させるための鑄型と、前記鑄型の上方に配設された加熱機構と、前記鑄型を載置する載置面を有する台座と、前記鑄型と前記加熱機構と前記台座との周囲を取り囲むように配設された断熱部材と、前記台座との間で熱交換が可能な熱交換面を有するとともに、前記台座との相対的な位置を可変とした冷却機構と、を具備し、前記熱交換面の面積を、前記冷却機構の位置と連動させているので、台座と相互に熱交換を行い得る熱交換面の面積を増減させることができる。これによって、台座から冷却機構への熱の移動量を調節することができ、鑄型の底部から台座への抜熱量を調整することができる。その結果、鑄型の内部のシリコン融液における温度勾配を一定に制御することができるようになり、シリコンインゴットの凝固速度を最適に調整して、再現性よく高品質のシリコンインゴットを得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

以下、本発明の実施形態を添付図面に基づき詳細に説明する。

【0021】

図1は本発明のシリコン鑄造装置の一実施形態を示す縦断面図である。すなわち、本発明のシリコン鑄造装置1は、その内部に、鑄型4とこの鑄型4を載置する台座5と鑄型の上方に配設された加熱機構であるヒータ3を有し、これらの周囲を取り囲むように断熱部材2が配設されている。そして、台座5との間で熱交換が可能な熱交換面6aを有するとともに、台座5との相対的な位置を可変とした冷却機構6を具備している。この冷却機構

6の位置と、熱交換面6aの面積の大きさととは連動して変化させるように構成されているので、冷却機構6の位置を調整することによって、台座5と冷却機構6との間における熱の移動量を調整することができる。

#### 【0022】

鋳型4は、内部にシリコン融液8を保持するとともに、鋳型4の下方から抜熱することによって、シリコン融液8を下方から上方へと一方向凝固させる。本発明において鋳型4を構成する材料やその形状は、特に限定されるものではないが、例えば、炭素繊維強化炭素材料などからなり、分割、組み立て可能な分割鋳型などで構成される。また、鋳型4の内面には離型材層（不図示）を設けることが望ましい。鋳型4の内部のシリコン融液8を凝固した後に、鋳型4の内壁とシリコンインゴットとが融着することを抑制し、特に分割鋳型の場合には、各構成部材を何回も繰り返して使用することができるからである。離型材層の材質としては、例えば、シリコンの窒化物である窒化シリコン（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ ）、シリコンの炭化物である炭化シリコン（ $\text{SiC}$ ）、シリコンの酸化物である酸化珪素（ $\text{SiO}_2$ ）などによって形成することができる。この離型材層を設ける方法としては、上述の粉末を適当なバインダーと溶剤とから構成される溶液中に混合して攪拌してスラリーとし、塗布もしくはスプレーなどの手段でコーティングすることが公知の技術として知られている（例えば、非特許文献1参照）。

#### 【0023】

また、鋳型4の上方には、鋳型4の内部に収めた原料のシリコンを溶解し、鋳型4の内部のシリコン融液8を冷却固化する際に温度制御するための加熱機構であるヒータ3を有する。このようなヒータ3としては、例えば、ドーナツ形状などとした抵抗加熱式のヒータや誘導加熱式のコイルなどが用いられる。ヒータ3は、炉内天井部のみならず、鋳型4を取り囲むように炉内の側面部（不図示）と天井部の両方に設置しても構わない。

#### 【0024】

そして、鋳型4を載置するための載置面を有する台座5が配置されている。詳細は後述するが、この台座5は鋳型4の底部から抜熱を行い、冷却機構6へと伝熱する機能を有しているため、熱伝導率が高く、不活性雰囲気中において1600℃程度の高温に耐える材質を用いることが望ましく、特に、熱伝導率が40W/m・k以上の材質とすることが望ましい。このような条件を満たすものとしては、例えば、グラファイト（熱伝導率49W/m・k）、サファイア（熱伝導率45W/m・k）、 $\text{SiC}$ （熱伝導率200W/m・k）、 $\text{AlN}$ （熱伝導率80W/m・k）などが挙げられる。中でも低コストで加工が簡単であるという理由から、グラファイトを用いることが望ましい。

#### 【0025】

また、シリコン鋳造装置1の内部には、ヒータ3、鋳型4、台座5の周囲を取り囲むように断熱部材2が配設されている。この断熱部材2としては、耐熱性、断熱性を考慮して主成分としてカーボンを含む材質、例えばグラファイトフェルトなどが用いられる。この断熱部材2によって、ヒータ3からの輻射を鋳型4の内部のシリコン融液8へとロス少なく伝えることができ、さらには鋳型4、台座5の側部からの抜熱を防止して、鋳型4の内部のシリコン融液8を効果的に一方向凝固させることが可能となる。

#### 【0026】

さらに、台座5の近傍に冷却機構6が設けられているが、この冷却機構6は、例えばステンレス（SUS）などの金属板を用いることができ、内部に水などの冷却流体を循環させるなどする方式が好ましく、たとえば鋳造装置外部の熱交換器で冷却した水を冷却機構6内へ循環させ、再び装置外部の熱交換器へ戻すなどの方法が好ましい。

#### 【0027】

本発明においては、冷却機構6は、台座5との間で熱交換面6aを介して熱交換ができるように構成されており、さらに冷却機構6の位置と連動させて熱交換面6aの面積が可変となっている。図1に示した例では、冷却機構6は熱交換面6aを介して台座5の外周部に当接して相互に熱交換を行い得るように構成されており、断熱部材2の一部に設けられた開口部2aから可動式の冷却機構6が両矢印方向に昇降して、垂直方向にその位置を



変えることにより、これと連動して台座５と熱交換を行う熱交換面６aの面積を変化させることができる。

#### 【００２８】

図１（a）は冷却機構６が降下した状態で台座５との間で熱交換を行い得る熱交換面６aが存在しない場合であり、図１（b）は、冷却機構６が上昇した状態で、冷却機構６と台座５が直接接触することにより、台座５との間で熱交換を行い得る熱交換面６aが存在するようになった場合である。この熱交換面６aを経由して、台座５から冷却機構６へと熱伝導によって熱が移動することが可能となっている。ここで冷却機構６の昇降状態を調節して、その位置を変えることによって、台座５の外周部に当接して相互に熱交換を行い得る熱交換面６aの面積を冷却機構６の垂直方向の位置に連動させて、増減させることができる。これによって、台座５から冷却機構６への熱の移動量を調節することができ、鋳型４の底部から台座５への抜熱量を調整することができる。その結果、鋳型４の内部のシリコン融液８における温度勾配を一定に制御することができるようになり、シリコンインゴットの凝固速度を最適に調整して、再現性よく高品質のシリコンインゴットを得ることができる。

#### 【００２９】

なお、冷却機構６の動きと連動させて、断熱部材２の開口部２aを塞ぐことが可能な可動断熱片７を設け、鋳型４の内部でシリコンを溶解させるときなど、冷却機構６を使わないときには、断熱部材２の開口部２aをこの可動断熱片７によって塞ぐようにしておけば、熱伝導率の高い台座５などから装置外へ熱がリークすることを有効に抑制でき、時間・コストを節約することができる。この可動断熱片７は、断熱部材２と同じものを用いることができる。

#### 【００３０】

また、図１に示した実施形態のように、冷却機構６は台座５を包囲する形状の場合、鋳型４を載置する台座５の肉厚がなるべく厚くなるようにすれば、台座５の温度分布をより一様に近づけることができるので望ましい。なお、台座５が直方体状の場合は冷却機構６も四面の板状で台座５の外周を包囲するようにし、台座５が円柱状の場合には、冷却機構６は台座５の円柱の外周を囲繞するように設ければよい。ただし、本発明において冷却機構６は、その形状に依存するものではない。例えば、図１に示したように一体型である必要はなく、台座５の冷却がスムーズにそして均一に実施できる範囲であれば、複数の部分に分割されていてもよい。

#### 【００３１】

次いで、本発明のシリコン鋳造装置を用いて、多結晶のシリコンインゴットを製造する手順について図１および図２を用いて説明する。

#### 【００３２】

まず、鋳型４の内部にシリコン原料を装填し、ヒータ３を加熱することによって温度１４２０℃～１５５０℃程度に加熱し、シリコン原料を熔融させる。ここで、図１（a）のように、冷却機構６を下降させて、可動断熱片７によって断熱部材２の開口部２aを塞ぎ、ヒータ３、鋳型４、台座５が断熱部材２および可動断熱片７に包囲された状態としておけば、ヒータ３からの輻射熱がロスされることを防いで効率的に利用できる。

#### 【００３３】

シリコン原料が熔融してシリコン融液８となった後、冷却機構６を上昇させ、図１（b）のように、台座５と熱交換可能な熱交換面６aを生じさせることにより、台座５を介して鋳型内のシリコン融液８の熱が冷却機構６へ抜熱される。このとき、鋳型４の複数箇所の温度を測定して、鋳型４の内部の温度勾配が一定となるように、冷却機構６の熱交換面６aの面積の制御、およびヒータ３の出力制御を行う制御手段を設けることが好ましい。図２に、図１の本発明のシリコン鋳造装置に制御手段１１を追加した縦断面図を示す。図２に示すような制御手段１１は、例えば、周知のプログラマブルコントローラによって構成され、鋳型４の温度を計測可能な温度検出手段である熱電対１０と、ヒータ３と冷却機構６を昇降させる昇降用モータ１２に制御ケーブル１３を介して結線されている。そし

て、この熱電対 10 によって測定された温度に基づいて、ヒータ 3 による加熱状態と、昇降用モータ 12 による熱交換面 6 a の面積とをそれぞれ調整し、シリコン融液 8 の凝固速度を制御する。

#### 【0034】

例えば、シリコン融液 8 の温度勾配を大きくするためには、(a) ヒータ 3 への出力電力を上昇させる、(b) 熱交換面 6 a の面積を大きくする、のいずれかを行うか、これらを組み合わせればよく、温度勾配を小さくするためには、逆を行えばよい。

#### 【0035】

なお、鋳型 4 の温度は図 2 に示すように、上部から下部にかけての複数箇所にて測定すれば、シリコン融液 8 の温度勾配と対応した測定値を得ることができるので望ましい。

#### 【0036】

さらに、鋳型 4 の温度だけでなく、ヒータ 3、台座 5、装置内雰囲気、冷却機構 6 や冷却流体などの温度や、冷却流体の流量を計測して、これらを一定とするように制御すれば、より高い再現性を得ることができる。

#### 【0037】

なお、温度検出手段としては、熱電対に限らず、例えば、非接触の赤外線温度計によって鋳型 4 の温度を計測するようにしてもよい。また、冷却機構 6 を昇降させる昇降用モータ 12 としては、昇降速度が可変なインバータ制御のモータやステッピングモータ、リニアモータなどを用いることが望ましく、上述の各制御項目に合わせて、昇降の速度も制御することによって、さらに細かく熱交換面 6 a の面積を制御することができる。

#### 【0038】

次に、図 3 に本発明のシリコン鋳造装置の別の実施形態について説明する。大部分は図 1 において説明した内容と同じであるため、異なった部分について説明する。

#### 【0039】

図 3 に示すシリコン鋳造装置は、冷却機構 6 は、その熱交換面 6 a が台座 5 と所定間隔で離間するように配設されている。図 1 に示したように、冷却機構 6 の熱交換面 6 a と台座 5 とを物理的に接触させて熱伝導による熱交換を行うことが好ましいが、両者の機械的摩耗を避けるために、図 2 に示すように冷却機構 6 の熱交換面 6 a を台座 5 と対向させて所定間隔で離間してもよい。この場合は熱交換面 6 a と台座 5 の間における熱の輻射やこれらの間の空気の対流などによって熱交換が行われる。より効率的に熱交換を行うためには、この間隔 c は 10 mm 以下とすることが好ましい。

#### 【0040】

また、台座 5 の鉛直方向に対する厚み d が薄いと、冷却機構 6 によって台座 5 の端部が顕著に冷却されるため、鋳型 4 の下部でも中央より端部が冷却されやすくなってしまふ。その結果、鋳型 4 の内部においても端部が冷えやすいため、端部からのシリコン結晶成長の原因となり、シリコンインゴットの一方向凝固性が悪くなる。このため、鋳型 4 の下部の台座 5 の載置面における温度分布を小さくし、シリコンインゴットの一方向凝固性を向上させるためにも、台座 5 の厚み d は、熱交換の妨げにならない範囲で厚いほうが好ましい。より好ましくは、台座 5 の鉛直方向の厚み d が、載置面の差し渡し長さ 1 に対し  $1/6$  以上となるようにすることが望ましい。また、鉛直方向の厚み d が、載置面の差し渡し長さ 1 に対し上限としては  $2/3$  以下とすることが望ましい。この範囲を越えると熱交換の妨げとなる恐れがあるからである。なお、ある面の差し渡し長さとは、この面の外郭形状の重心点を通過し、この面に含まれる直線であって、この面の外郭形状によって切り取られてできる線分のうち最小の長さのものを指すものとする。そして、鉛直方向の厚み d は、載置面の直下における最も小さい厚みの部分で判断するものとする。

#### 【0041】

また、図 3 に示すように鋳型 4 の上方に、不活性ガス吐出手段であるノズル 9 を設け、鋳型 4 の内部に保持したシリコン融液 8 に向けて、不活性ガスを吹き付けるようにすることが望ましい。このノズル 9 は装置外部のガス供給装置（不図示）と配管を介して接続されている。最も単純な構成としては、不活性ガスが充填されたポンペにレギュレータ（圧

力調節器)とガス流量計を接続して、所定圧力、流量として、ガス流量計に接続された配管をノズル9に接続して、装置内部に不活性ガスを導くようにすればよい。その他、マスフローコントローラーによって、ガス流量をより細かく制御するようにしてもよい。

#### 【0042】

ノズル9の先端部は、シリコン融液8の表面の概ね中央部を狙って不活性ガスを吹き出させるような配置にすればよい。不活性ガスとしては、He、Ne、Arなどの希ガスを好適に用いることができるが、入手のしやすさからArを用いることが望ましい。

#### 【0043】

このように鋳型4に保持したシリコン融液8の表面に対して、ノズル9からArなどの不活性ガスを吹き付けることによって、液面の中央部にキャビティを形成し、同時にシリコン融液8の表面を覆う流れを形成する。そしてシリコン融液8の表面に不活性ガスによる揺動が発生し、その表面で新しい面が生ずるので、シリコン融液8の内部で発生するSiO<sub>2</sub>ガスの周囲雰囲気への排出が促進され、不純物であるOを除去する効果が高まる。さらに、不活性ガスの流れにより、シリコン融液8の表面が覆われるので、COガスの周囲雰囲気からの混入を防止することもできる。

#### 【0044】

本発明にかかるシリコン鋳造装置では、装置の内部において鋳型4の位置が不変であるため、鋳型4とノズル9との距離が変化することがなく、さらに不活性ガスの滞留状態が変動したりすることがないので、常に再現性よく、上述の効果を導くことができる。

#### 【0045】

次に、図4を用いて本発明のシリコン鋳造装置のさらに別の実施形態について説明する。大部分は図1において説明した内容と同じであるため、異なった部分について説明する。図4に示す例は、冷却機構6に連動する可動断熱片7の厚みを大きくし、鋳型4の周辺部の断熱部材2としても用いることができるようにしたものである。図4(a)は冷却機構6が降下した状態で台座5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在しない場合であり、図4(b)は、冷却機構6が上昇した状態で、冷却機構6と台座5が直接接触することにより、台座5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在するようになった場合である。図4(a)に示すようにシリコン原料の溶解中は鋳型4の周辺がヒータ3に暴露され、原料の溶解終了後、シリコン融液8の冷却固化をするときには、図4(b)に示すように冷却機構6の上昇と同調して可動断熱片7が鋳型4の側面を断熱することにより、鋳型4が端部から冷却されて結晶成長することによる一方向凝固性の低下を低減することができる。

#### 【0046】

また、図5を用いて本発明のシリコン鋳造装置のさらに別の実施形態について説明する。大部分は図1において説明した内容と同じであるため、異なった部分について説明する。図5に示す例は、台座5の下面側に冷却機構6挿入可能なザグリ穴を形成し、冷却機構6を昇降させることによって、台座5との間で熱交換が可能な熱交換面6aの面積を冷却機構6の垂直方向の位置に連動して可変としたものである。図5(a)は冷却機構6が降下した状態で台座5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在しない場合であり、図5(b)は、冷却機構6が上昇した状態で、冷却機構6と台座5が直接接触することにより、台座5のザグリ穴の内面との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在するようになった場合である。このように台座5の下面に冷却機構6を挿入可能なザグリ穴を設けた構成では、全体の大きさをコンパクトにすることができる。

#### 【0047】

さらに図6に本発明のシリコン鋳造装置のさらに別の実施形態について説明する。大部分は図1において説明した内容と同じであるため、異なった部分について説明する。図6に示す例は、冷却機構6を昇降ではなく水平方向に対して可動とし、冷却機構6の台座5の下面と冷却機構6との間で熱交換が可能な熱交換面6aが接触するように構成され、台座5との間で熱交換が可能な熱交換面6aの面積を冷却機構6の水平方向の位置に連動して可変としたものである。図6(a)は冷却機構6が装置の外部に飛び出した状態で台座

5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在しない場合であり、図6(b)は、冷却機構6が装置の内部に押し込まれた状態で、冷却機構6と台座5が直接接触することにより、台座5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aが存在するようになった場合である。このように、冷却機構6と台座5との間で熱交換を行い得る熱交換面6aを台座5の下面に設けることにより、熱交換面6aの面積をより大きくすることが可能となる。また、図1、図4、図5のような台座5の外周部あるいは内部を冷却する場合に比して、台座5の端部と内側部の温度差が生じ難いため、台座5の温度の面内分布が均一化される。その結果、鋳型4の底部をより均一に冷却することが可能となり、シリコンインゴットの凝固組織の一方方向性改善に効果的である。

#### 【0048】

なお、本発明の実施形態は上述の例にのみ限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々変更を加え得る。

#### 【0049】

例えば、上述の説明では、制御手段11として、プログラマブルコントローラー（シーケンサ）を用いた例によって説明した。このようなプログラマブルコントローラーは、この機械制御の分野においては極めてよく知られているものであって、単機能を有するモジュールを組み合わせてユニット化して用いたり、機能を特化した1つのモジュールを用いたりして構成される。本発明にかかる制御手段の場合は、熱電対10からの出力は、例えばアナログの電圧値として取り込まれるため、これをデジタル値に変換する機能を有するモジュールや、ヒータ3の温度を制御するPID制御機能を有するモジュールなどと適宜組み合わせて用いたりすればよい。さらに、プログラマブルコントローラーを用いる代わりに、汎用のパソコンに制御用のインターフェース機構を設けてもよく、全く同様の結果を得ることができる。

#### 【実施例】

#### 【0050】

以下、本発明の実施例について説明する。

#### 【0051】

実験は、図1、2で説明した本発明のシリコン鋳造装置の構成を基本として行った。

#### 【0052】

鋳型4としては、高純度黒鉛からなる厚み2mmの部材を組み合わせて、内寸330mm×330mm、深さ320mmの鋳型4を準備した。なお、鋳型4の内面には窒化シリコン粉末と二酸化珪素粉末とからなる離型材層が設けられたものを用いた。

#### 【0053】

断熱部材2としては、グラファイトフェルトにカーボン粉末をコーティングした30mmの厚さを有するものを用いた。また、ヒータ3として、外径360mm、内径220mmのドーナツリング形状の黒鉛ヒータを鋳型4の上方の所定位置に配置した。

#### 【0054】

さらに、台座5は400mm角の矩形状のものを用い、図3に示す載置面の差し渡し長さ1を固定し、厚みdを変えて実験を行った。また材質としては、基本的には熱伝導率が49W/m・Kのグラファイトを用いたが、熱伝導率の効果を見るため、同一の形状のセラミックスを数種類取り混ぜて台座5を形成し、評価を行った。

#### 【0055】

冷却機構6は、ステンレス（SUS）の金属板を用い、内部に定温に保った水を循環させ、可動断熱片7としては、断熱部材2と同じ材料を用いた。さらに、熱交換面6aとしては、図1(b)に示す台座5と接触した状態を基本としたが、図3に示す台座5と距離cを離間した状態でも距離cの値を変えながら実験を行った。

#### 【0056】

制御手段11としてはプログラマブルコントローラーを用い、鋳型4の三箇所にした熱電対10によって鋳型4の温度をモニタした。昇降用モータ12としては、昇降量（回転量）を自在に設定できるステッピングモータを用いた。

【0057】

また、比較として図8に示した従来の構成でも実験を行った。

【0058】

以上の構成のシリコン鋳造装置を用いて、以下のように実験を行った。

【0059】

まず、鋳型4の内部にシリコン原料を所定量充填し、装置の内部を80 Torrに減圧したアルゴン雰囲気とし、ヒータ3を使って1500℃に加熱して、鋳型4の内部のシリコン原料を溶かしてシリコン融液8とし、その後、8時間かけて徐々に凝固させた。

【0060】

なお、評価としては以下の二種類を実施した。

【0061】

(1) 昇降用モータ12による冷却機構6の昇降量を制御して熱交換面6aの面積を変更したときの、鋳型4の温度追随性の評価を行った。

【0062】

(2) 冷却後固化した多結晶のシリコンインゴットを鋳型4から取り出し、電気的な特性の評価を行った。これを一条件につき5回繰り返して結晶特性の再現性を評価した。

【0063】

これらの結果を表1に示す。表1の評価結果において、記号で示した内容は以下の通りである。◎：非常に良好、○：良好、△：許容範囲、×：不可

【表1】

試料 No.	冷却機構			台座			熱交換面の 面積制御時 温度追従性	結晶特性 の再現性
	熱交換面		台座との 距離c (mm)	d/l	材質	熱伝導率 (W/mk)		
	面積 可変	面積 一定						
1	○		0	0.2	グラファイト	49	○	○
2		○	0	0.2	グラファイト	49	—	×
3	○		4	0.2	グラファイト	49	○	○
4	○		8	0.2	グラファイト	49	△	○
5	○		12	0.2	グラファイト	49	△	△
6	○		16	0.2	グラファイト	49	△	△
7	○		0	0.2	92%Al2O3	13	△	△
9	○		0	0.2	Si3N4	35	△	○
10	○		0	0.2	サファイア	45	○	○
11	○		0	0.2	AlN	84	◎	○
12	○		0	0.1	グラファイト	49	○	△
13	○		0	0.15	グラファイト	49	○	△
14	○		0	0.18	グラファイト	49	○	○
15	○		0	0.3	グラファイト	49	○	◎

\* は本発明の範囲外の試料である

台座との距離cが0mmは接触していることを示す

【0064】

表1より、本発明のシリコン鋳造装置を用いた試料No. 1、No. 3～No. 15についてはいずれも許容範囲以上の結果が得られ、発明の効果が認められた。それに対して、従来のシリコン鋳造装置を用いた試料No. 2は、熱交換面6aの面積が一定であり、

鋳型４の温度勾配を制御することができず、結晶特性の再現性が悪かった。

【００６５】

以上により、本発明の効果を確認することができた。

【図面の簡単な説明】

【００６６】

【図１】（ａ）、（ｂ）は、本発明のシリコン鋳造装置の一実施形態を示す縦断面図である。

【図２】本発明のシリコン鋳造装置の他の実施形態を示す縦断面図である。

【図３】本発明のシリコン鋳造装置の他の実施形態を示す縦断面図である。

【図４】（ａ）、（ｂ）は、本発明のシリコン鋳造装置の他の実施形態を示す縦断面図である。

【図５】（ａ）、（ｂ）は、本発明のシリコン鋳造装置の他の実施形態を示す縦断面図である。

【図６】（ａ）、（ｂ）は、本発明のシリコン鋳造装置の他の実施形態を示す縦断面図である。

【図７】（ａ）、（ｂ）は、従来のシリコン鋳造装置の実施形態を示す縦断面図である。

【図８】従来のシリコン鋳造装置の実施形態を示す縦断面図である。

【符号の説明】

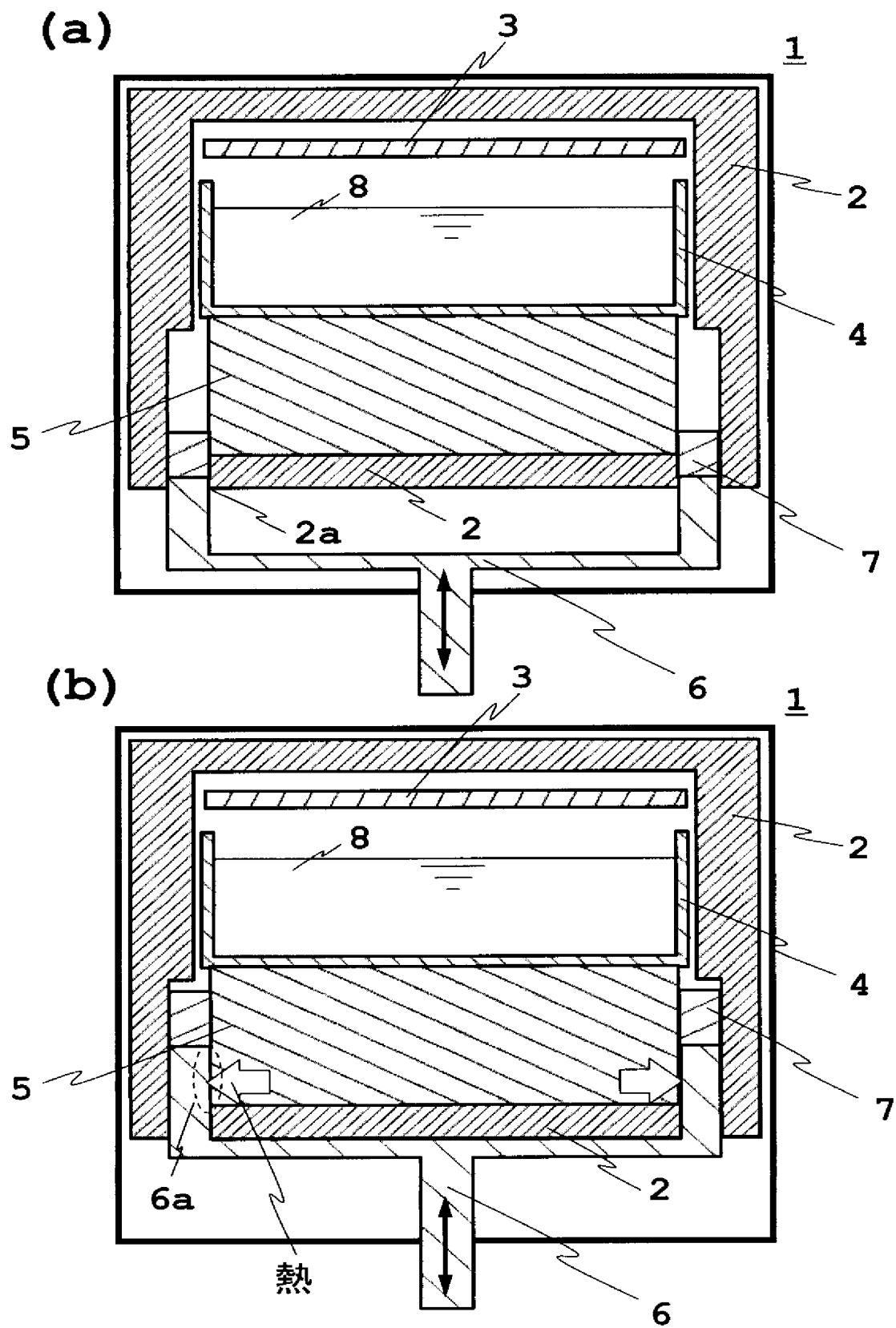
【００６７】

- １・・・シリコン鋳造装置
- ２・・・断熱部材
  - ２ａ・開口部
- ３・・・加熱機構であるヒータ
- ４・・・鋳型
- ５・・・台座
- ６・・・冷却機構
  - ６ａ・熱交換面
- ７・・・可動断熱片
- ８・・・シリコン融液
- ９・・・不活性ガス吐出手段であるノズル
- １０・・・温度検出手段である熱電対
- １１・・・制御手段
- １２・・・昇降用モータ
- １３・・・制御ケーブル
- ２１・・・炉
- ２２・・・溶解シリコン
- ２３・・・加熱体
- ２４・・・鋳型
- ２５・・・冷却水
- ２６・・・水冷チルプレート
- ３１・・・上部室
- ３２・・・下部室
- ３３・・・障壁
- ３４・・・ヒータ
- ３５・・・連通口
- ３６・・・置台
- ３７・・・昇降機
- ３８・・・鋳型
- ３９・・・シリコン融液

4 0 · · 断熱材

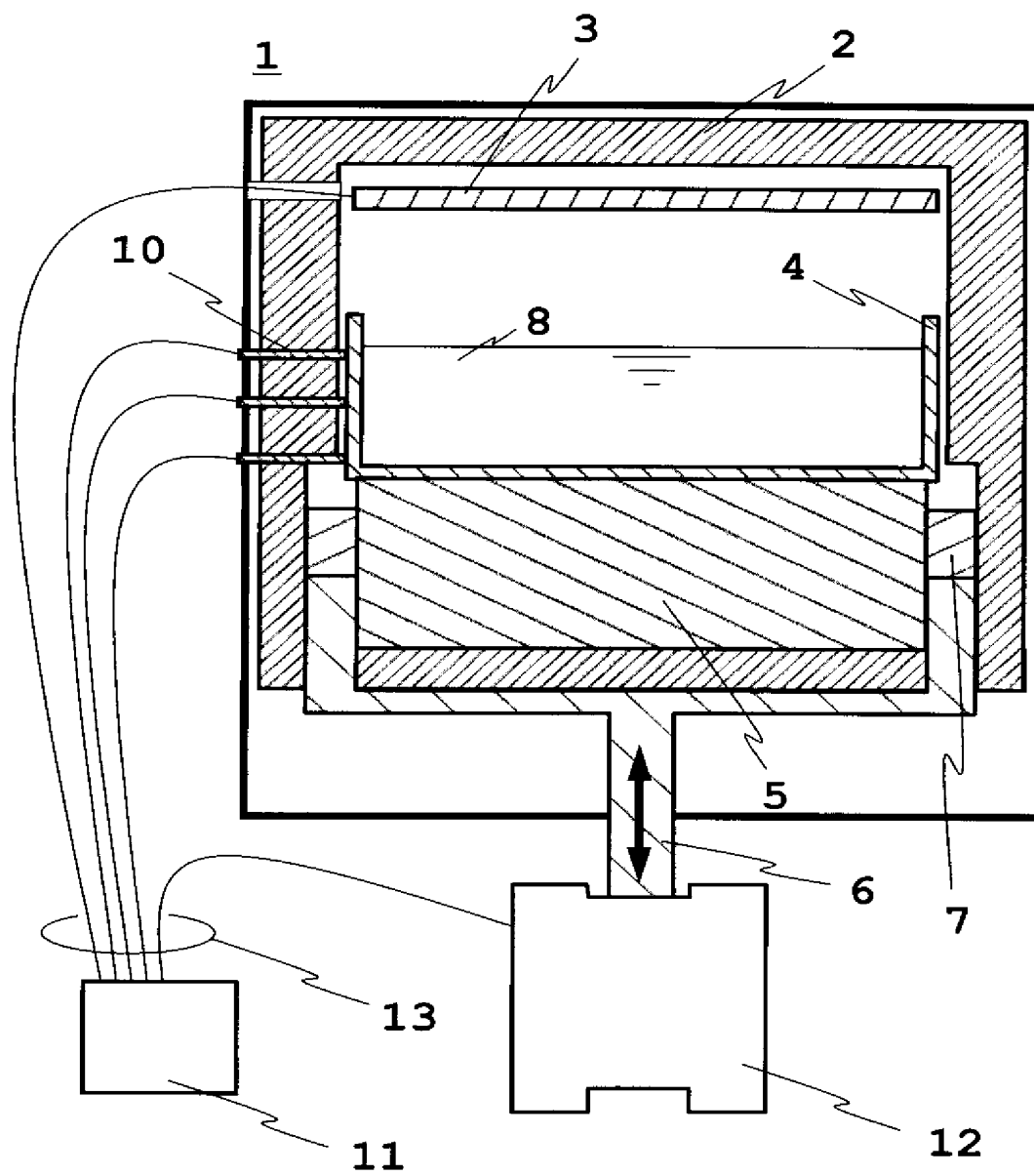
4 1 · · 冷却板

4 2 · · 冷却水

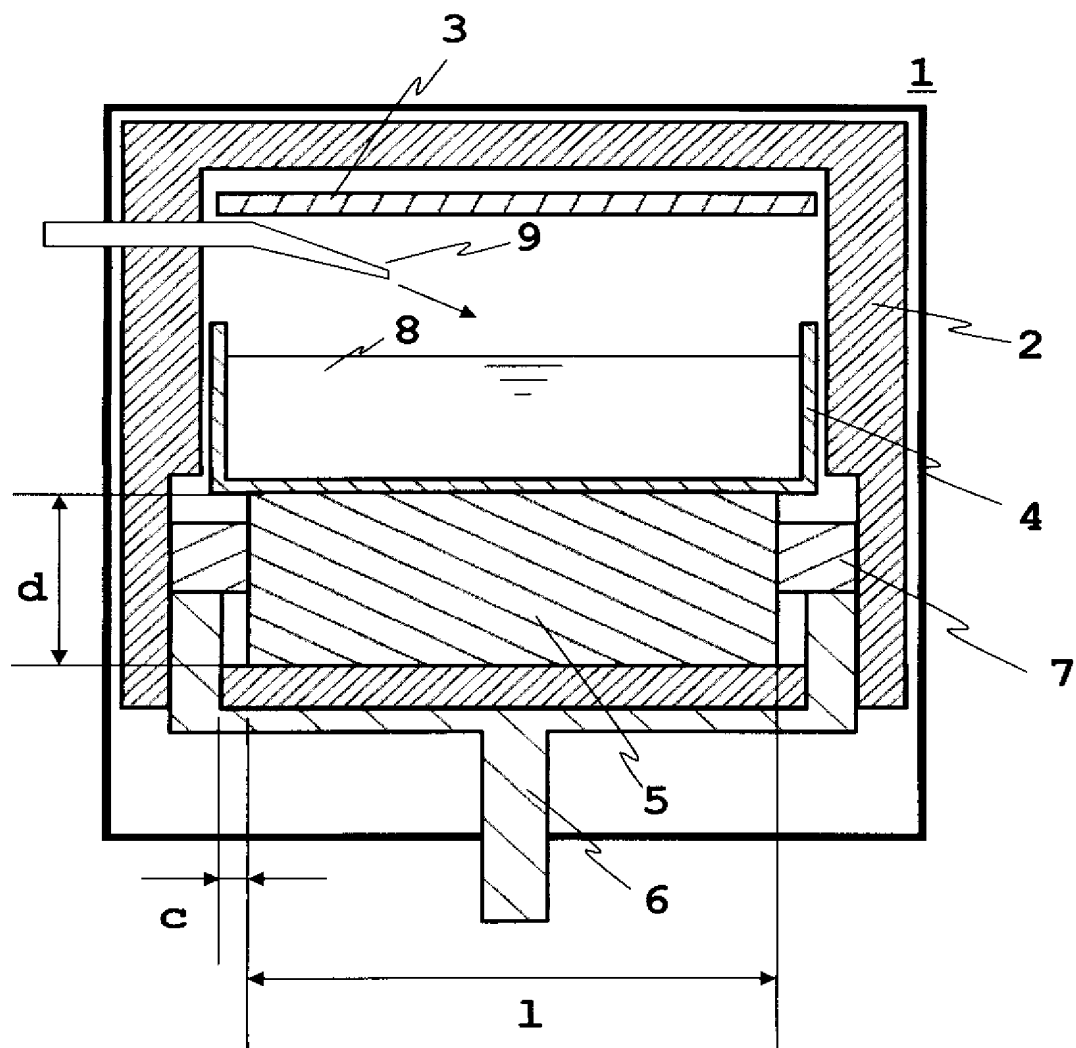




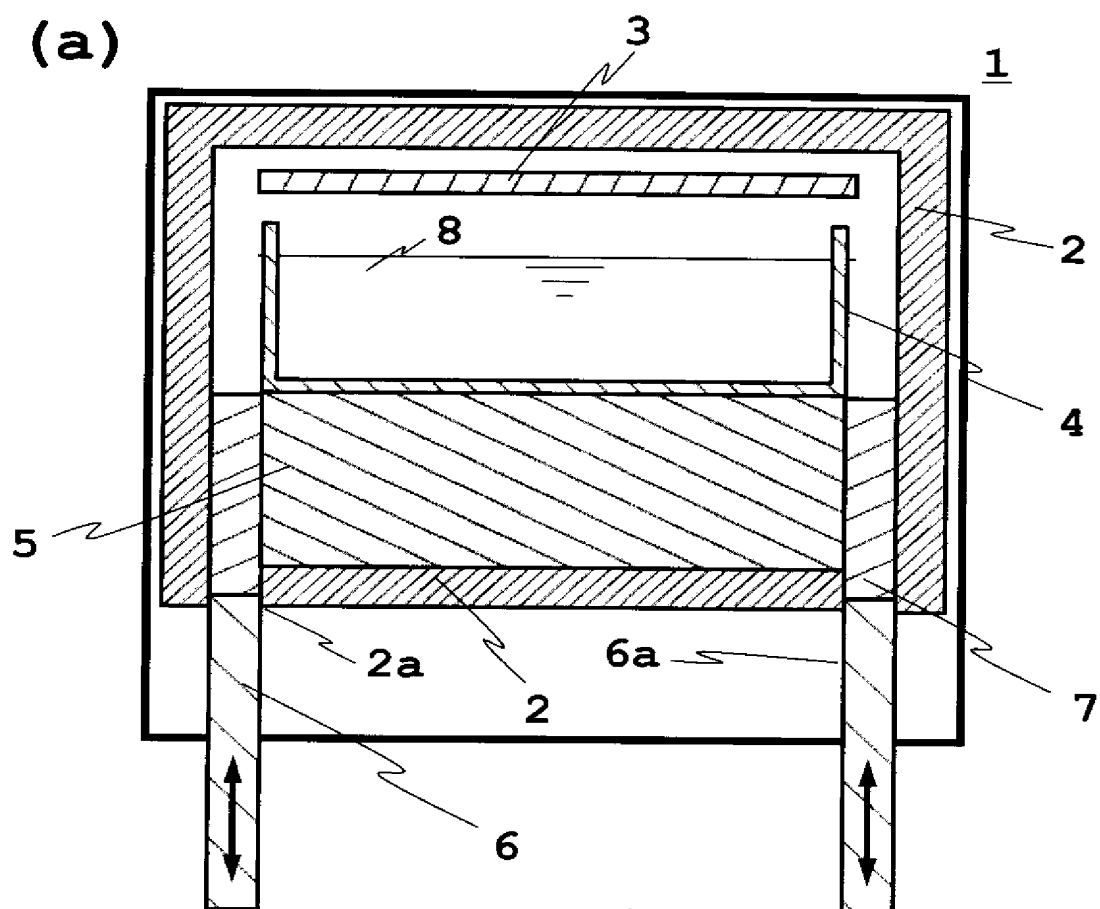
【図 2】



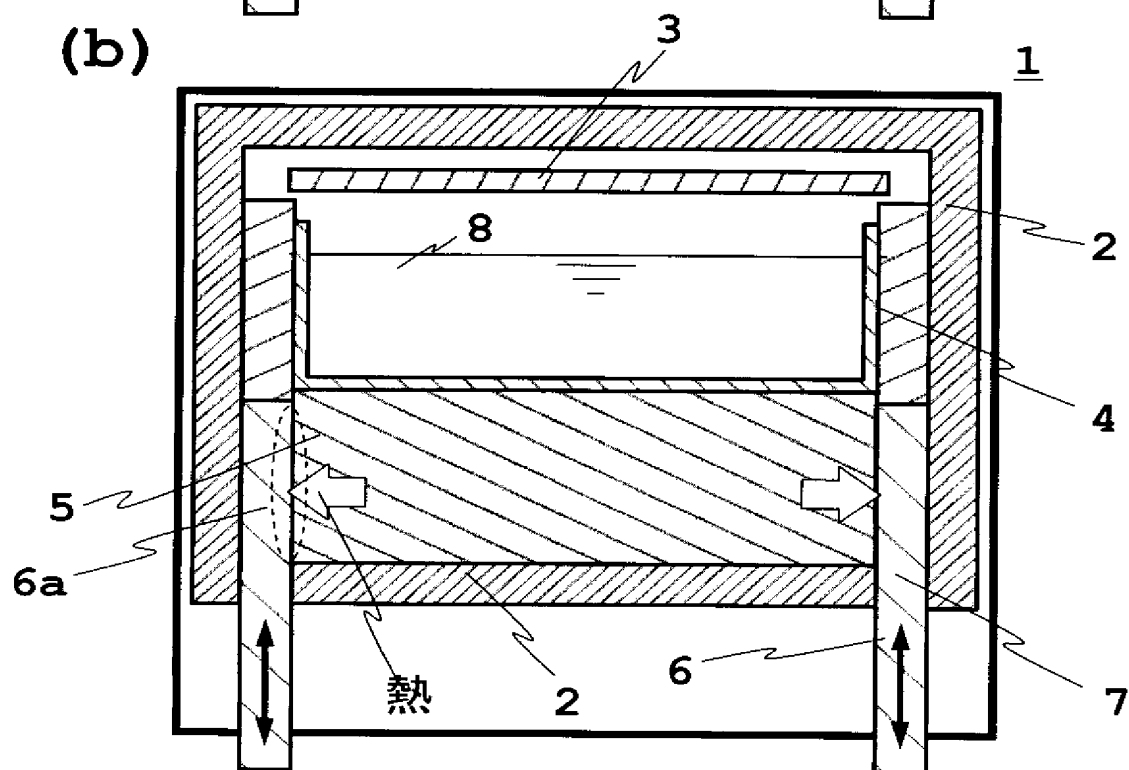
【图 3】



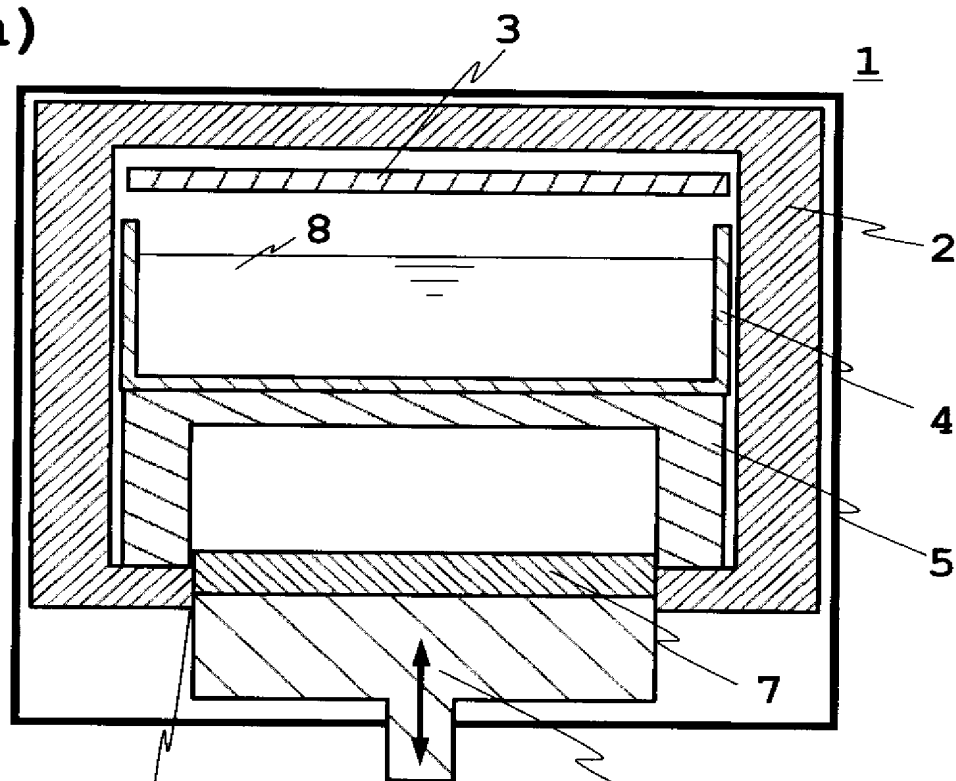
(a)



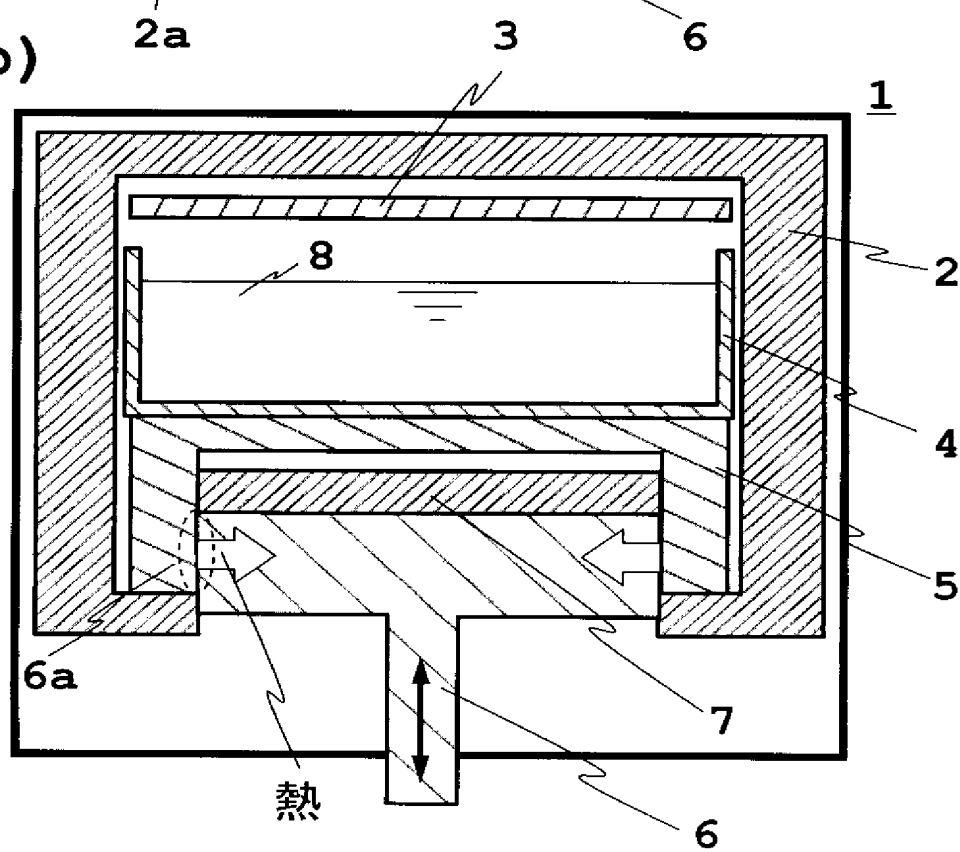
(b)

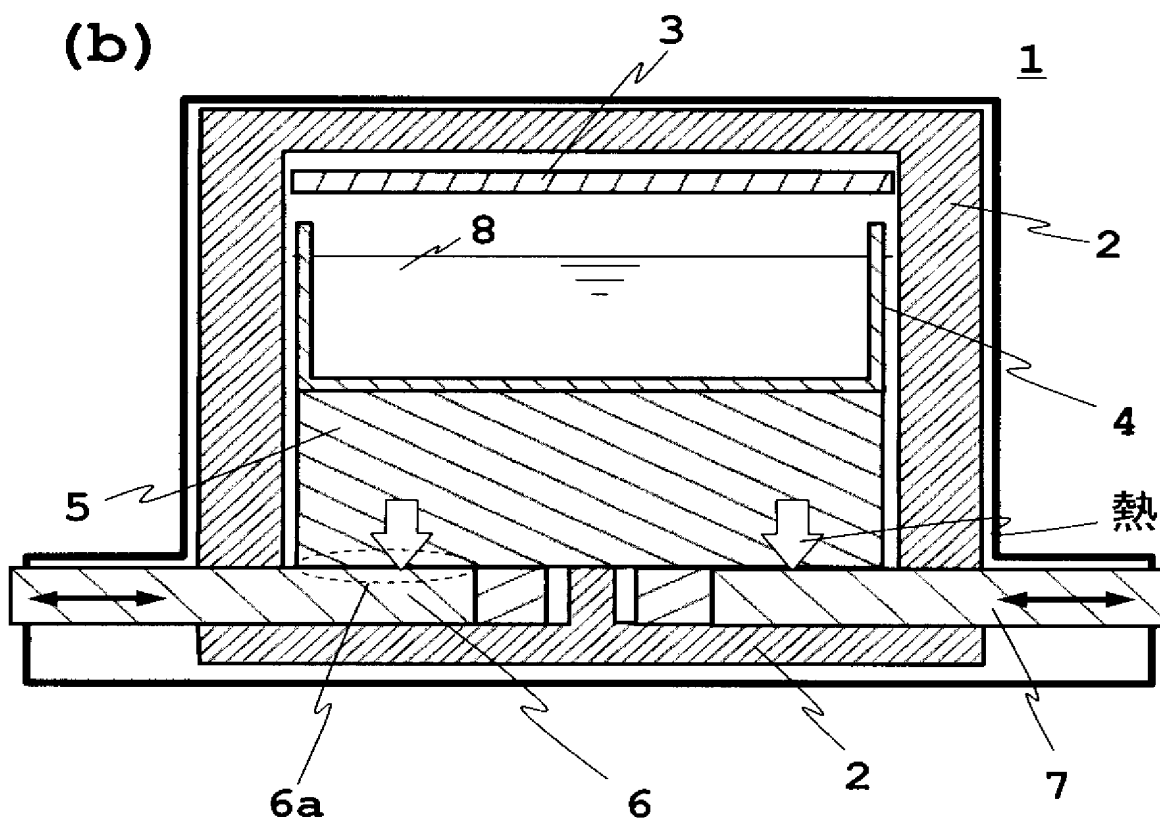
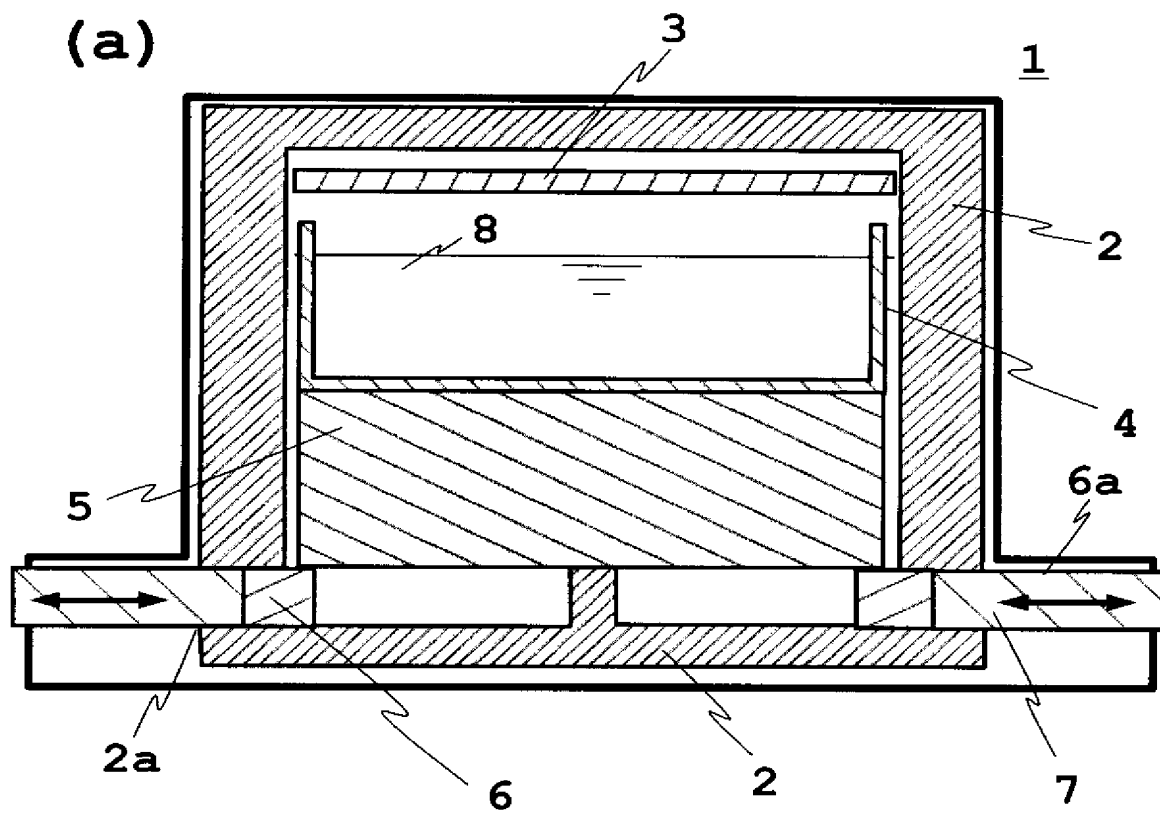


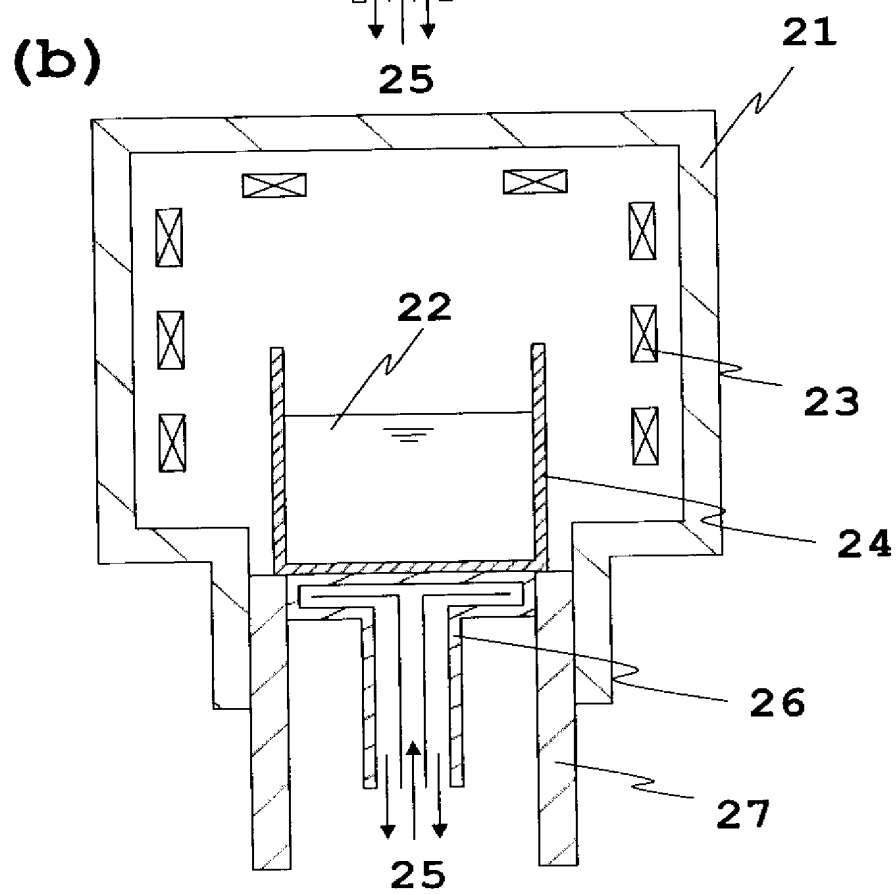
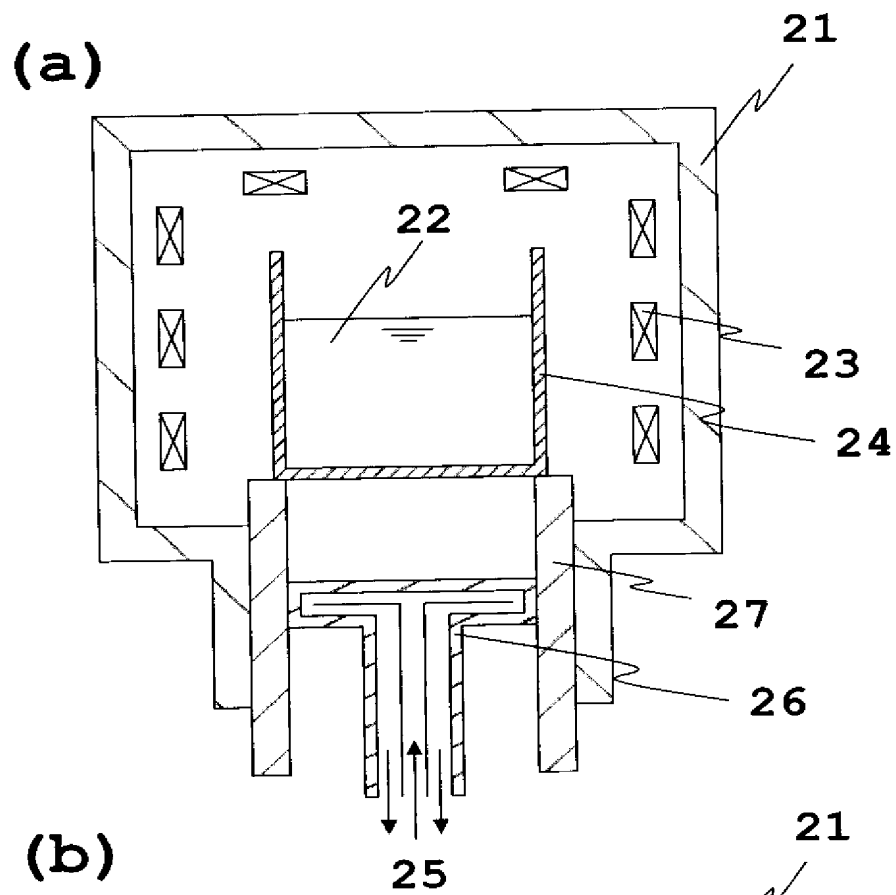
(a)



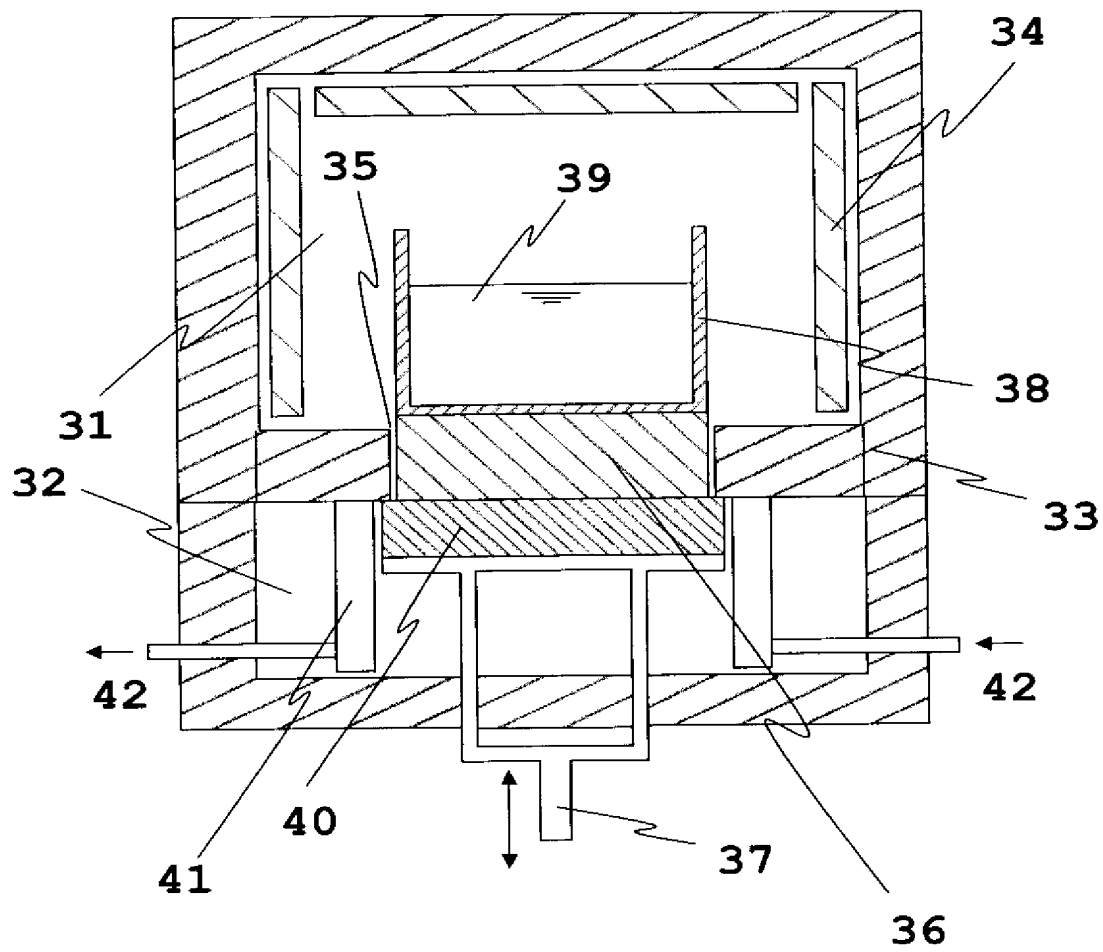
(b)







【図 8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 より高品質なシリコンインゴットを良好な再現性で製造するためのシリコン casting 装置を提供する。

【解決手段】 内部に保持したシリコン融液 8 を下方から上方へと一方向凝固させるための casting 4 と、 casting 4 の上方に配設された加熱機構であるヒータ 3 と、 casting 4 を載置する載置面を有する台座 5 と、 casting 4 とヒータ 3 と台座 5 との周囲を取り囲むように配設された断熱部材 2 と、台座 5 との間で熱交換が可能な熱交換面 6 a を有するとともに、台座 5 との相対的な位置を可変とした冷却機構 6 と、を具備し、熱交換面 6 a の面積の大きさを、冷却機構 6 の位置と連動して変化するようにした。

【選択図】 図 1



## 出願人履歴

0 0 0 0 0 6 6 3 3

19980821

住所変更

京都府京都市伏見区竹田烏羽殿町 6 番地

京セラ株式会社